ГОСТ 28473—90

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН, СТАЛЬ, ФЕРРОСПЛАВЫ, ХРОМ, МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 10—2004

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15—194:543.06:006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН, СТАЛЬ, ФЕРРОСПЛАВЫ, ХРОМ, МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Общие требования к методам анализа

Iron, steel, ferroalloys, metal chromium and metal manganese.
General requirements for methods of analysis

ГОСТ 28473—90

МКС 77.040.30
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.91

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к химическим и физико-химическим методам анализа чугуна, стали, ферросплавов, хрома и марганца металлических.

2. Отбор и подготовку проб чугуна, стали, ферросплавов, хрома и марганца металлических проводят по ГОСТ 7565, ГОСТ 17260 и по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

3. Для проведения анализа применяют:

цилиндры, мензурки, колбы и пробирки по ГОСТ 1770;

бюретки, пипетки по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227—ГОСТ 29229, ГОСТ 29251—ГОСТ 29253;

посуду и оборудование стеклянные по ГОСТ 25336;

фарфоровые тигли, лодочки и др. по ГОСТ 9147;

тигли и чашки из платины по ГОСТ 6563;

посуду из стеклоуглерода марки СУ-2000;

стандартизованные средства измерения аналитического сигнала;

реактивы квалификации не ниже, чем «чистые для анализа» (ч. д. а);

другие средства измерения с метрологическими характеристиками, оборудование с техническими характеристиками не хуже стандартизованных средств измерения, другую лабораторную посуду, поверенную по ГОСТ 8.234, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

Применение реактивов более высокой квалификации или более низкой квалификации должно быть указано в соответствующих стандартах на методы анализа.

4. Металлы, применяемые для приготовления стандартных растворов, должны содержать основного металла не менее 99,9 %.

5. Для приготовления водных растворов реактивов и для проведения анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или деионизированную воду, по качеству не ниже указанного в стандарте, если не предусмотрены другие требования в стандартах на методы анализа.

6. При приготовлении реактивов растворов и проведении анализа после каждого добавления реактивов раствор перемешивают.

7. Концентрацию растворов выражают:

массовая концентрация — г/дм^3, г/см^3;

молярная концентрация — моль/дм^3;

молярная концентрация эквивалента (нормальность) — моль/дм^3 (н);

массовая доля, (масса вещества в граммах, отнесенная к 100 г раствора или к 100 г вещества), %;

объемная доля, (объем вещества в кубических сантиметрах, отнесенный к 100 см^3 раствора, газовой смеси), %.

Содержание вещества в растворе выражается плотностью ρ, г/см^3.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2005

Содержание определяемого элемента в чугуне, стали, ферросплавах и металлах выражают массовой долей, %.

8. В выражениях «разбавленная 1:1, 1:2 и т. д.» и обозначениях «(1:1), (1:2) и т. д.» первые цифры обозначают объемные части разбавляемого реактива (например концентрированной кислоты), вторые — объемные части растворителя (например воды).

Если в стандарте не указывается концентрация кислоты или водного раствора аммиака, то применяют концентрированную кислоту или концентрированный водный раствор аммиака.

9. Понятия «комнатная температура», «теплая» или «горячая» вода (или раствор) означают, что жидкость имеет температуру соответственно свыше 15—25, 40—75 и свыше 75 °С (ГОСТ 27025).

10. При титриметрическом анализе массовую концентрацию титрированного раствора по определяемому элементу устанавливают по трем навескам или аликвотным частям исходного вещества. Среднее арифметическое трех полученных результатов округляют до четырех значащих цифр.

Массовую концентрацию стандартного раствора, приготовленного из металла или химического вещества, устанавливают не менее чем по трем навескам исходного вещества.

Допускается устанавливать массовую концентрацию стандартных растворов по стандартным образцам, если это предусмотрено в стандарте на методы определения элемента.

11. Взвешивание навески пробы, осадков, металлов и химических веществ для приготовления стандартных растворов проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или на любых других весах, отвечающих указанным требованиям. В стандартах на методы анализа предусматривают весы с иной точностью взвешивания навесок, плавней, их смесей, индикаторов и других веществ.

12. При использовании инструментальных методов анализа необходимо выбирать оптимальные условия измерения аналитического сигнала, обеспечивающие необходимую чувствительность и точность в зависимости от применяемого метода, типа прибора, определяемого элемента и массовой доли его в анализируемой пробе.

13. Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат:

по оси абсцисс откладывают числовое значение массовой концентрации, массовой доли или массы элемента в определенном объеме раствора;

по оси ординат — величину аналитического сигнала, измеренный параметр или функцию от него.

Условия подготовки растворов для измерения аналитического сигнала и способ построения градуировочного графика указывают в стандарте на методы определения массовой доли элемента. Проверку градуировочного графика проводят одновременно с проведением анализа в соответствии с требованиями стандарта на методы определения массовой доли элемента. Допускается применять градуировочную функцию, представляющую собой уравнение градуировочного графика, а также использовать метод сравнения аналитического сигнала пробы с аналитическим сигналом стандартного раствора определяемого элемента или раствора стандартного образца, если это предусмотрено в стандарте на методы определения массовой доли элемента.

14. Градуировку автоматических анализаторов проводят по стандартным образцам и по синтетическим смесям, имитирующим по составу анализируемый материал, или по стандартным растворам в соответствии с указаниями стандарта на методы анализа.

15. Массовую долю элемента в пробе и стандартном образце определяют в двух параллельных навесках.

При расхождении параллельных определений выше допускаемых значений, регламентированных методикой анализа, анализ пробы проводят в трех параллельных навесках.

Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт для внесения соответствующей поправки в результат анализа.

Допускается при выполнении непродолжительных анализов при использовании одних и тех же реактивов в тех же условиях проводить не реже одного раза в смену контрольный опыт для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

Число контрольных опытов должно соответствовать числу параллельных определений при анализе пробы.

16. С целью контроля погрешности результата анализа испытуемого образца не реже одного раза в смену в тех же условиях проводят анализ стандартного образца в двух (трех) навесках. Для контроля выбирают стандартный образец с химическим составом, соответствующим требованиям стандарта на методы анализа данного элемента.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

17. За результат анализа пробы или стандартного образца принимают среднее арифметическое значение двух (трех) параллельных определений с учетом среднего арифметического значения двух (трех) параллельных результатов контрольного (холостого) опыта.

18. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превысит предела Δ (приложения 1, 2), приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа при выполнении следующих условий:

18.1. Расхождение между результатами двух (трех) параллельных определений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_2 (d_3) (приложения 1, 2), приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа. Расхождением между результатами трех параллельных измерений является разница, между наибольшими и наименьшими значениями параллельных определений.

18.2. Воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,85) значение δ (приложения 1, 2), приведенное в соответствующем стандарте на методы анализа.

18.3. При невыполнении одного из вышеизложенных условий проводят повторный анализ. Если и при повторном анализе требования к точности результатов не выполняются, то результаты анализа признают неверными, анализ прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

18.4. Расхождение между двумя средними результатами анализа, полученными в различных условиях (например при внутрилабораторном контроле воспроизводимости) не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_к$ (приложения 1, 2), приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа.

19. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение погрешности Δ .

20. При отсутствии стандартного образца контроль погрешности результата анализа осуществляют методом добавок, или анализом синтетических смесей.

21. Контроль погрешности результата анализа методом добавок осуществляют нахождением массовой доли определяемого элемента в анализируемом материале после добавления соответствующей навески чистого металла или аликвотной части стандартного раствора данного компонента к навеске анализируемого материала до проведения анализа. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения анализа. Проводят определение данного элемента в пробе после введения добавки. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения анализа, предусмотренные конкретным стандартом на методы анализа. Проводят определение данного элемента в пробе после введения добавки. Величину добавки рассчитывают как разность между найденным значением массовой доли элемента в пробе с добавкой и без добавки.

Погрешность результата анализа не превысит предела Δ, если для пробы и пробы с добавкой выполняются условия п. 18.1, а также, если найденная величина добавки отличается от расчетной не более чем на $\sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}$, где δ_1 и δ_2 берут из соответствующего стандарта на методы анализа для значений массовой доли контролируемого элемента в пробе и пробе с добавкой.

22. Контроль погрешности результата анализа по синтетическим смесям осуществляют путем воспроизведения значения массовой доли определяемого элемента, введенного в эту смесь. Определение массовой доли контролируемого элемента в синтетической смеси проводят одновременно с анализом проб с тем же числом параллельных определений, установленных методикой анализа.

Погрешность результата анализа не превысит предела Δ, если для синтетической смеси выполняется условие п. 18.1, а также, если воспроизведенное значение массовой доли элемента в синтетической смеси отличается от введенного в смесь не более чем на величину δ, взятую из соответствующего стандарта на методы анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

Термин	Пояснение	Обозначение
1. Норма погрешности результатов количественного химического анализа (КХА)	Характеристика погрешности результатов КХА, задаваемая в качестве допускаемой в соответствии с требуемой точностью	Δ
2. Нормативы контроля погрешности результатов КХА	Численные значения, соответствующие критериям для принятия решения по результатам контроля относительно соответствия характеристик погрешности результатов КХА установленным требованиям	
3. Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами двух (трех) параллельных определений (норматив сходимости)		d_2 (d_3)
4. Допускаемое отличие результата воспроизведения аттестованной характеристики стандартного образца от ее значения (норматив для контроля правильности результатов анализа)		δ
5. Допускаемые расхождения между двумя результатами химического анализа одной пробы, полученными в различных условиях (норматив для контроля воспроизводимости)		$d_к$

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

ФОРМУЛЫ ДЛЯ РАСЧЕТА НОРМ И НОРМАТИВОВ КОНТРОЛЯ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА (КХА)

1. $\Delta = 2{,}2\ \sigma_к$ (доверительная вероятность 0,95)
2. $d_2 = 2{,}3\ \sigma_к$ (доверительная вероятность 0,95)
3. $d_3 = 2{,}8\ \sigma_к$ (доверительная вероятность 0,95)
4. $\delta = 1{,}44\ \sigma_к$ (доверительная вероятность 0,95)
5. $d_к = 2{,}77\ \sigma_к$ (доверительная вероятность 0,95),

где $\sigma_к$ — нормированное значение среднего квадратического случайной составляющей погрешности результатов КХА, характеризующее воспроизводимость результатов анализа.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.П. Замараев, Н.А. Панарина, М.С. Дымова, Р.Д. Малинина, В.Т. Абабков, А.А. Сахаров, Л.Н. Дмитрова, В.В. Степановских, Э.Н. Котляревская

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 23.03.90 № 526**

3. **Срок первой проверки — I кв. 1995 г., периодичность проверки — 5 лет**

4. **СТАНДАРТ ПОЛНОСТЬЮ СООТВЕТСТВУЕТ СТ СЭВ 463—86, СТ СЭВ 487—77**

5. **ВЗАМЕН ГОСТ 20560—81, ГОСТ 27349—87, ГОСТ 2604.0—77**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.234—77	3
ГОСТ 1770—74	3
ГОСТ 6563—75	3
ГОСТ 6709—72	5
ГОСТ 7565—81	2
ГОСТ 9147—80	3
ГОСТ 17260—87	2
ГОСТ 24104—88	11
ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 27025—86	9
ГОСТ 29169—91	3
ГОСТ 29227-91—ГОСТ 29229-91	3
ГОСТ 29251-91—ГОСТ 29253-91	3

7. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 776 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 9—91)**

8. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2005 г.**

Редактор *Л.А. Шебаронина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 27.10.2005. Подписано в печать 13.12.2005. Формат 60 × 84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55. Тираж 66 экз. Зак. 933. С 2215.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru